

ICP-AES 测定镍基焊料中的磷

石晓丽^① 杨春晟

(北京航空材料研究院 北京市 81 信箱 19 分箱 100095)

摘要 通过酸溶解试验、基体共存元素干扰试验等,建立了 ICP-AES 测定镍基焊料中高含量磷的分析方法。样品加标回收率为 100.5%—101.0%,相对标准偏差小于 0.80%。该方法简便、快速、准确可靠。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法,镍基焊料,磷。

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-8138(2006)04-0884-03

1 前言

焊料主要作用是焊接,在科研和生产中被广泛应用。镍基焊料中加入磷的主要作用是使熔化温度范围缩小,有较好的钎焊工艺性、热稳定性,并进一步改善焊料的添缝性能。有关近似材料如铁基合金钢、镍基高温合金钢中磷含量的分析方法多为化学重量法^[1]、分光光度法^[2]等。这些方法中磷的分析上限为 1.0%,分析周期长,操作繁琐。关于 ICP-AES 方法测定微量磷有过许多报道^[3-5],未见镍基焊料中高含量磷的分析方法的论述。镍基焊料中磷含量为 10% 左右,现无分析方法,据此建立适于镍基焊料中高含量磷的分析方法非常必要。本文选用 ICP-AES 对镍基焊料中磷进行分析,重点进行了溶解方法和酸度试验;基体及共存元素干扰试验;准确度和精密度试验,实验结果表明,所建立的方法快速准确,可满足分析测试的要求。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

仪器: Optima3000 光谱仪(美国 Perkin Elmer 公司)。

仪器工作条件: 高频频率 40MHz; 输出功率 1300W; 雾化气流量 0.8L/min; 冷却气流量 15L/min; 辅助气流量 0.5L/min; 样品提升量 1.5mL/min; 积分时间 5s; 预燃时间 40s; P 分析谱线 213.617nm; Y 内标谱线 317.030nm。

2.2 试剂与标准

盐酸、硝酸、高氯酸均为优级纯。用优级纯的磷酸二氢钾配制磷标准溶液 1.000mg/mL。金属镍(> 99.95%) 配制镍溶液 10.0mg/mL。金属铬(> 99.9%) 配制铬溶液 5.0mg/mL。三氧化二钇(光谱纯) 配制钇内标溶液, 0.20mg/mL。实验用水均为二次蒸馏水。

2.3 样品处理

称取 0.1000g 镍基焊料样品。置于 150mL 玻璃烧杯中,加入 20mL 盐酸, 5mL 硝酸低温加热溶

^① 联系人, 电话: (010) 62496669; (010) 62452503

作者简介: 石晓丽(1964—),女,北京市人,技师,现从事仪器分析工作。

收稿日期: 2006-04-24; 接受日期: 2006-05-10

解,稍冷,加入 8mL 高氯酸,加热蒸发至冒高氯酸烟,并滴加硝酸至样品溶解完全。冷却,加入 10mL 盐酸和 20mL 水加热溶解盐类,冷却后移入加入 4.00mL 0.20mg/mL 的钇内标溶液的 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3 结果与讨论

3.1 溶解方法的选择

对于基体为 75% 的镍、含有 14% 的铬的焊料,分别加入不同介质的酸进行试验,结果表明,盐酸、硝酸的混合酸和盐酸、硝酸、氢氟酸的混合酸不能使镍基焊料完全溶解。但用盐酸、硝酸混合酸溶解后,经冒高氯酸烟或冒硫酸烟后溶解完全,溶液清亮。又因冒硫酸烟易崩溅损失,盐类溶解时间较长,硫酸密度大于高氯酸,故选用盐酸、硝酸的混合酸溶解后冒高氯酸烟的方法。

3.2 酸度试验

由于“酸效应”的存在,随高氯酸浓度的增大,谱线强度会减小,主要原因是与溶液的物理性质变化有关,即溶液的浓度增大,粘度增加,使溶液的雾化量下降和雾化效率降低。本实验中分别加入 4、8、10、12mL 高氯酸进行冒烟试验,结果表明 8—12mL 高氯酸冒烟均能使试料溶解完全。理论上溶样应选择用酸量少,所以选择加入 8mL 高氯酸冒烟,经高氯酸冒烟后,加入 10mL 盐酸溶解盐类,实验中需控制溶液的酸度,高、低标酸度应与试样保持一致。

3.3 分析线的选择

将磷的 6 条谱线进行测量对比,其中磷的 203.349nm、213.547nm、215.408nm 谱线和 253.401nm 谱线精密度较差,无法满足分析要求,由于 214.914nm 这条谱线存在干扰元素较多,经验证分析 213.617nm 谱线各项参数显示都优于 214.914nm 谱线。所以选择 213.617nm 为分析线。

3.4 干扰试验

以 100mg 称样量计算各共存元素含量,按大于上限含量配制成溶液于 200mL 容量瓶中,即含有 0.06mg/mL P、0.40mg/mL Ni、0.07mg/mL Cr、0.01mg/mL Fe、1.0 μ g/mL B 和 Si、4.0 μ g/mL 的 Y 内标溶液,试剂空白溶液,在分析元素磷的 213.617nm 中心波长附近范围内进行扫描,通过扫描实验,得知基体镍和共存元素对磷的 213.617nm 分析线未见谱线的重叠的光谱干扰, Ni 和 Cr 有微弱的背景影响,可在高、低标准溶液中加入与样品相同的 Ni 和 Cr 的量而消除。

3.5 内标元素的影响

经试验验证,加入 Y 内标,可以有效地校正操作条件变化对分析信号的影响,提高测定的稳定性,根据溶液定容体积,选择内标加入量,测定溶液中内标浓度控制为 4.0 μ g/mL 测定效果最好。

3.6 校准曲线的配制及线性试验

根据镍基焊料组成,加入与样品含量相同的镍、铬,以及准确加入不同含量的磷标准溶液后,用同样的分析步骤和相同的所有试剂

表 1 线性范围及相关系数

磷标准溶液系列的百分含量 (%)					线性系数
STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	<i>r</i>
0.00	8.00	10.00	12.00	14.00	0.9995

与试样平行进行分析,对建立的校准曲线测定,其线性范围及相关系数见表 1。

3.7 分析结果

按分析方法,对样品测定,并对样品进行加入回收试验,结果见表 2。

表 2 样品测定结果与回收试验

(%)

样品编号	加标量	测定值								平均值	RSD	回收率
样品 1	0.00	10.41	10.39	10.29	10.42	10.35	10.28	10.25	10.26	10.33	0.67	
样品 1	2.00	12.23	12.41	12.47	12.41	12.40	12.31	12.27	12.28	12.35	0.69	101.0
合成样品	10.00	10.03	10.15	10.14	10.06	10.09	10.00	9.90	10.04	10.05	0.80	100.5

4 结论

本文采用 ICP-AES 对镍基焊料中的高含量磷进行了试验分析研究,并制定出分析方法。重点解决镍基焊料溶样,优化了测定条件,提高了分析速度。通过回收率、精密度试验,表明所建立的方法快速、准确可靠。

参考文献

- [1] 钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编. 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷[S]. GB/T 223.3-88. 北京: 中国标准出版社, 2002. 3—5.
- [2] 有色金属工业标准汇编. 重金属及其合金化学分析方法[S]. GB/T 8647.4-1988. 北京: 中国标准出版社, 2001. 413—415.
- [3] 李汉超, 李帆. ICP-AES 测定高温合金中的微量磷[J]. 材料工程, 2002, 235(12): 27.
- [4] 贺惠, 张萍. ICP-AES 测定水中微量磷[J]. 光谱实验室, 2002, 19(2): 244—246.
- [5] 陈维青, 陈泽明. 多重谱线拟合(MSF)扣除光谱干扰法在电感耦合等离子体发射光谱法测定钢铁中磷的应用研究[J]. 光谱实验室, 2000, 17(2): 185—189.

Determination of Phosphorus in Nickel Matrix Solder by ICP-AES

SHI Xiao-Li YANG Chun-Sheng

(Beijing Institute of Aeronautical Materials, P. O. 81-19, Beijing 100095, P. R. China)

Abstract A method was established for determination of main phosphorus in nickel matrix solder by ICP-AES. The acid dissolving, interference of matrix and coexist elements were studied, the recovery of the sample was in the range of 100.5% to 101.0%, and the RSD is less than 0.80%. The method is accurate, convenient and rapid.

Key words ICP-AES, Nickel Matrix Solder, Phosphorus.

关于征收报名费的通知

各有关作者:

从 2006 年 1 月 1 日起,本刊开始征收报名费,即:向本刊投稿的作者,请同时汇寄报名费(10 元/篇)。由于款额较小,请作者务必用邮票支付,即将邮票 10 元/篇装入信封中,邮寄到本刊联络处,地址:北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林,邮编:100095。

本刊继续免收审理费,但审理后录用又撤稿者,下次投稿时须交审理费。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

2006 年 1 月 1 日